


SURFACE-TREATED CALCIUM CARBONATE PRODUCT AND PRODUCTION METHOD THEREFOR

Publication number: JP2001181532 (A)

Also published as:

Publication date: 2001-07-03

 JP3593627 (B2)

Inventor(s): SHIKURA TAKAHIRO; ARISAWA AKIZO +

Applicant(s): KONISHI CO LTD +

Classification:

- international: *C09K3/10; C08K9/00; C08L101/00; C09C1/02; C09J175/04; C09J183/04; C09J201/00; C09K3/10; C08K9/00; C08L101/00; C09C1/02; C09J175/04; C09J183/00; C09J201/00; (IPC1-7): C09J175/04; C09K3/10; C09C1/02; C08K9/00*

- European:

Application number: JP19990373335 19991228

Priority number(s): JP19990373335 19991228

Abstract of JP 2001181532 (A)

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a product containing a surface-treated calcium carbonate powder having low water content. **SOLUTION:** This product is prepared by sealing a composition prepared by homogeneously mixing a surface-treated calcium carbonate powder with a dehydrating agent powder into a bag formed from an airtight material. Water contained in the calcium carbonate powder is removed by the dehydrating agent powder; therefore, the calcium carbonate powder is dried merely by allowing the product to stand for a suitable time. This product is obtained by subjecting a calcium carbonate powder to a surface treatment, drying the powder, mixing it with a dehydrating agent powder, and sealing the mixture into a bag formed from an airtight material.; When the calcium carbonate powder in this product is compounded as a thixotropic agent or a filler into a one-component moisture-curable resin composition, the resin composition is prevented from curing during its storage because of the low water content of the calcium carbonate powder.

Data supplied from the **espacenet** database — Worldwide

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号
特開2001-181532
(P2001-181532A)

(43) 公開日 平成13年7月3日 (2001.7.3)

(51) Int.Cl. ⁷	識別記号	F I	テーマコード* (参考)
C 0 9 C 1/02		C 0 9 C 1/02	4 H 0 1 7
C 0 8 K 9/00		C 0 8 K 9/00	4 J 0 0 2
C 0 8 L 101/00		C 0 8 L 101/00	4 J 0 3 7
C 0 9 J 201/00		C 0 9 J 201/00	4 J 0 4 0
// C 0 9 J 1/5/04		175/04	
審査請求 有 請求項の数 4 O L (全 5 頁) 最終頁に続く			

(21) 出願番号	特願平11-373335	(71) 出願人	000103648 コニシ株式会社 大阪府大阪市中央区道修町 1 丁目 6 番10号
(22) 出願日	平成11年12月28日 (1999. 12. 28)	(72) 発明者	四合 隆弘 大阪府大阪市鶴見区鶴見4 丁目 7 - 9 コ ニシ株式会社大阪研究所内
		(72) 発明者	有澤 彰三 大阪府大阪市鶴見区鶴見4 丁目 7 - 9 コ ニシ株式会社大阪研究所内
		(74) 代理人	100089152 弁理士 奥村 茂樹
		最終頁に続く	

(54) 【発明の名称】 表面処理炭酸カルシウム製品及びその製造方法

(57) 【要約】

【課題】 水分含有率の低い表面処理炭酸カルシウム粉末を含む製品を提供する。

【解決手段】 この製品は、表面処理炭酸カルシウム粉末と脱水剤粉末とを均一に混合してなる組成物を、気密性素材で構成された袋に封入してなるものである。表面処理炭酸カルシウム粉末が含有している水分は、脱水剤粉末によって、除去される。従って、この製品を適当な時間放置しておくだけで、表面処理炭酸カルシウム粉末を乾燥しうる。この製品は、炭酸カルシウム粉末に表面処理を施した後、乾燥し、次いで直ちに脱水剤粉末と混合し、気密性素材で構成された袋に封入することによって得られる。

【効果】 この製品中の表面処理炭酸カルシウム粉末を、一液湿気硬化型樹脂組成物の揺変剤或いは充填剤として配合すれば、表面処理炭酸カルシウム粉末の水分含有率が低いので、一液湿気硬化型樹脂組成物が貯蔵中に硬化することを防止しうる。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 表面処理炭酸カルシウム粉末と脱水剤粉末とを均一に混合してなる組成物を、気密性素材で構成された袋に封入してなることを特徴とする表面処理炭酸カルシウム製品。

【請求項2】 炭酸カルシウム粉末に表面処理を施して表面処理炭酸カルシウム粉末を得、次いで乾燥後、直ちに脱水剤粉末と混合し、気密性素材で構成された袋に封入することを特徴とする表面処理炭酸カルシウム製品の製造方法。

【請求項3】 表面処理炭酸カルシウム粉末と脱水剤粉末とを均一に混合して、気密性素材で構成された袋に封入することを特徴とする表面処理炭酸カルシウム粉末の乾燥方法。

【請求項4】 請求項1記載の表面処理炭酸カルシウム製品を開封して、取り出した表面処理炭酸カルシウム粉末を配合してなる一液湿気硬化型樹脂組成物。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、主として接着剤やシーリング材等として用いられる樹脂組成物中に、揺変剤或いは充填剤として配合される表面処理炭酸カルシウム粉末に関するものである。

【0002】

【従来の技術】土木建築分野等で用いられる接着剤やシーリング材中には、多くの場合、揺変剤或いは充填剤が配合されている。これは、接着剤等の塗布される面が水平面になっていないことが多く、主として接着剤等の垂れを防止するためである。揺変剤或いは充填剤としては、コロイド状シリカや炭酸カルシウム粉末等が用いられているが、近年、表面処理炭酸カルシウム粉末が重宝されている。

【0003】表面処理炭酸カルシウム粉末は、炭酸カルシウム粉末表面を脂肪酸エステルや脂肪酸塩等で処理したものであり、接着剤等として用いられる樹脂組成物中で凝集しにくく、均一に分散しやすいものである。従って、接着剤等の接着性を阻害することなく、良好な揺変性を与えるものとして好まれており、接着剤等として用いられている一液湿気硬化型樹脂組成物又は二液混合硬化型樹脂組成物に、盛んに配合されている。

【0004】しかしながら、二液混合硬化型樹脂組成物に表面処理炭酸カルシウム粉末を配合する場合には殆ど問題は生じないが、一液湿気硬化型樹脂組成物中に配合する場合には、以下のような問題があった。即ち、表面処理炭酸カルシウム粉末を一液湿気硬化型樹脂組成物中に配合すると、貯蔵中に、増粘したりゲル化するという問題があったのである。これは、表面処理炭酸カルシウム粉末は、通常の乾燥を十分に行っても、なお水分を2000ppm以上含有していることが多く、この水分によって、一液湿気硬化型樹脂組成物が硬化するからであ

る。

【0005】このため、表面処理炭酸カルシウム粉末を一液湿気硬化型樹脂組成物中に配合する場合には、共沸や加熱減圧等の手段で、脱水処理してから配合することが行われていた。また、配合した後、加熱減圧等の手段で、組成物全体を脱水することも行われている。しかしながら、いずれの手段も、共沸設備や加熱減圧設備等の特殊な設備を必要とし、一液湿気硬化型樹脂組成物の製造が合理的に行えないという憾みがあった。

【0006】

【発明が解決しようとする課題】そこで、本発明者等は、表面処理炭酸カルシウム粉末の水分含有率を一液湿気硬化型樹脂組成物が硬化を起こさない程度、即ち、少なくとも水分含有率を1500ppm以下に低減させるべく、種々検討を行っていたところ、予期せぬことに、表面処理炭酸カルシウム粉末を脱水剤粉末と均一に混合し、気密性袋に封入し、ある程度の時間放置しておく、水分含有率を1500ppm以下に低減しうることを見出した。本発明は、このような発見に基づいてなされたものである。

【0007】

【課題を解決するための手段】即ち、本発明は、表面処理炭酸カルシウム粉末と脱水剤粉末とを均一に混合してなる組成物を、気密性素材で構成された袋に封入してなることを特徴とする表面処理炭酸カルシウム製品及びその製造方法に関するものである。

【0008】本発明で用いる表面処理炭酸カルシウム粉末は、従来公知のものであれば良い。具体的には、脂肪酸エステル、脂肪酸塩、硫酸エステル型陰イオン界面活性剤、スルホン酸型陰イオン界面活性剤等で、その表面が処理された炭酸カルシウム粉末が用いられる。表面処理炭酸カルシウム粉末の粒径も、従来公知の範囲であれば良い。一般的には、0.01～30 μ mの範囲内において適宜の粒度分布を持つものが用いられる。

【0009】本発明で用いる脱水剤粉末としては、従来、脱水剤として使用されている物質を粉砕してなるものであれば、任意のものが用いられる。具体的には、化学的に水を吸着する酸化カルシウム粉末や金属酸化物粉末等、又は物理的に水を吸着するゼオライト粉末やシリカゲル粉末等が用いられる。脱水剤粉末の粒径も任意であるが、表面処理炭酸カルシウム粉末となるべく均一に混合させるためには、表面処理炭酸カルシウム粉末と同程度の粒度分布を持つものが好ましい。しかしながら、後で脱水剤粉末と表面処理炭酸カルシウム粉末とを選別する必要があるとき、即ち、表面処理炭酸カルシウム粉末と脱水剤粉末を両者共に湿気硬化型樹脂に配合すると、脱水剤粉末中の水分で湿気硬化型樹脂が硬化する恐れがあるときは、全く異なった粒度分布を持つものが好ましい。異なった粒度分布を持っていれば、両者を篩分けの手段で選別しうるのである。

【0010】表面処理炭酸カルシウム粉末と脱水剤粉末との混合割合は、表面処理炭酸カルシウム粉末100重量部に対して、脱水剤粉末が1～30重量部であるのが好ましい。特に、5～15重量部であるのがより好ましく、6～10重量部であるのが最も好ましい。脱水剤粉末が1重量部未満になると、表面処理炭酸カルシウム粉末の水分含有率を1500ppm以下に低減しにくくなる傾向が生じる。また、脱水剤粉末が30重量部を超えると、得られる湿気硬化型樹脂組成物の特性に悪影響を与える場合がある。ここで、水分含有率とは、以下の方法で測定及び算出されるものである。即ち、測定しようとする表面処理炭酸カルシウム粉末の重量を w としたとき、これを共沸して絶乾状態の重量 w_0 を求め、 $[(w - w_0) / w] \times 100$ の式で算出されるのが、水分含有率である。表面処理炭酸カルシウム粉末と脱水剤粉末とは、どの時点で混合しても差し支えないが、最も好ましいのは、表面処理炭酸カルシウム粉末を製造した直後である。即ち、炭酸カルシウムに表面処理を施して表面処理炭酸カルシウム粉末を得、次いで乾燥後、直ちに脱水剤粉末と混合するのが、最も好ましい。この時点は、表面処理炭酸カルシウム粉末が乾燥された直後であり、水分含有率が最も少なくなっているからである。

【0011】表面処理炭酸カルシウム粉末と脱水剤粉末とが均一に混合された組成物は、気密性素材で構成された袋に封入される。気密性素材としては、水が容易に侵入しない程度のもので良く、具体的には、アルミニウム箔等の金属箔、ポリエチレンフィルム等の合成樹脂製フィルム、合成樹脂製フィルムにアルミニウム等の金属を蒸着した蒸着フィルム、合成樹脂製フィルムと紙との積層体、クラフト紙等が用いられる。気密性素材で袋を形成するには、気密性素材を折り曲げ又は重ね合わせ、その周囲を縫着すれば良い。そして、袋の口へ、組成物を投入した後、袋の口を紐や弾性糸で緊締すれば、容易に封入することができる。なお、周囲の縫着部や袋の口の緊締部から、若干の水蒸気を侵入はあるが、このような水蒸気の侵入は、本発明において差し支えない程度である。

【0012】以上のようにして封入された表面処理炭酸カルシウム製品は、倉庫に保管された後、転々と輸送され、需要者に提供される。そして、需要者側で保管しておき、必要に応じて開封して、一液湿気硬化型樹脂組成物等の製造に使用することになる。従って、表面処理炭酸カルシウム製品が製造された後、需要者側で使用するまでには、少なくとも2日乃至数ヶ月を要することになる。この期間に、脱水剤粉末が表面処理炭酸カルシウム粉末中に含有されている水分を吸収し、表面処理炭酸カルシウム粉末の水分含有率が低減するのである。即ち、表面処理炭酸カルシウム粉末の製造者から、需要者側に提供され使用されるまでの期間が、表面処理炭酸カルシウム粉末の乾燥に供せられるということになる。従っ

て、本発明は、表面処理炭酸カルシウム粉末と脱水剤粉末とを均一に混合して、気密性素材で構成された袋に封入するという、表面処理炭酸カルシウム粉末の乾燥方法と把握することもできる。

【0013】需要者に提供された本発明に係る表面処理炭酸カルシウム製品は、開封され、脱水剤粉末と共に或いは脱水剤粉末を選別した後、表面処理炭酸カルシウム粉末が湿気硬化型樹脂に配合され、一液湿気硬化型樹脂組成物が製造されるのである。脱水剤粉末がその内部に水分を化学的に吸着しており、湿気硬化型樹脂を硬化させる恐れがないときは、脱水剤粉末と共に表面処理炭酸カルシウム粉末を配合し、一液湿気硬化型樹脂組成物を製造すれば良い。また、脱水剤粉末に吸着された水分が、湿気硬化型樹脂を硬化させる恐れがあるときは、脱水剤粉末を選別して、表面処理炭酸カルシウム粉末だけを配合し、一液湿気硬化型樹脂組成物を製造すれば良い。一液湿気硬化型樹脂組成物中への表面処理炭酸カルシウム粉末の配合割合は、湿気硬化型樹脂100重量部に対して、50～1000重量部程度で良い。本発明に係る製品中の表面処理炭酸カルシウム粉末は、脱水剤によって十分に脱水され、水分含有率が1500ppm以下となっているので、一液湿気硬化型樹脂組成物中に配合しても、貯蔵中に硬化しにくく、従って、一液湿気硬化型樹脂組成物の増粘やゲル化を防止しうるのである。なお、一液湿気硬化型樹脂組成物としては、変成シリコーン樹脂やポリウレタン樹脂等を含むものが用いられ、土木建築、自動車、電子機器等の各種分野において、接着剤或いはシーリング材或いは塗料として、用いられる。また、以上、主として一液湿気硬化型樹脂組成物に関して説明したが、本発明に係る表面処理炭酸カルシウム製品中の表面処理炭酸カルシウム粉末は、二液硬化型樹脂組成物等にも揺変剤として或いは充填剤として使用しうるものである。

【0014】

【実施例】以下、実施例に基づいて、本発明を説明するが、本発明は実施例に限定されるものではない。本発明は、表面処理炭酸カルシウム粉末を脱水剤粉末と均一に混合し、気密性袋に封入しておく、表面処理炭酸カルシウム粉末の水分含有率を1500ppm以下に低減でき、湿気硬化型樹脂に配合したときでも、貯蔵中における湿気硬化型樹脂の硬化を防止しうるという発見に基づくものとして、理解されるべきである。

【0015】実施例1

まず、神島化学工業株式会社製の脂肪酸系表面処理炭酸カルシウム粉末（商品名：カルシーズPLS505）を準備した。この表面処理炭酸カルシウム粉末は、その平均粒径が $0.1 \mu\text{m}$ であり、水分含有率は3000ppmのものであった。この表面処理炭酸カルシウム粉末100重量部に対して、脱水剤粉末として酸化カルシウム粉末（平均粒径は約 $0.1 \mu\text{m}$ ）7重量部を均一に混合

した後、アルミニウム箔で形成された袋に収納し、袋の口をヒートシールして密封し、表面処理炭酸カルシウム製品を得た。そして、これを一カ月放置しておいたところ、表面処理炭酸カルシウム粉末の水分含有量は800ppmとなっており、2200ppmに相当する水分が

スミジュールE21-2
スタンBL
表面処理炭酸カルシウム粉末
フタル酸ジオクチル

ここで、スミジュールE21-2は、住友バイエルウレタン株式会社製のウレタンプレポリマーであり、末端イソシアネート基(NCO)の含有量は9.0重量%で、粘度は4Pa・s(23℃)である。スタンBLは、三共有機合成株式会社製の錫触媒であり、ウレタンプレポリマーの重合触媒である。

【0017】実施例2

実施例1で用いた表面処理炭酸カルシウム粉末100重量部に対して、脱水剤粉末として合成ゼオライト粉末(カリウムナトリウムアルミノケイ酸塩型で、平均粒径は3オングストロームである。)7重量部を均一に混合した後、アルミニウム箔で形成された袋に収納し、袋の口を紐で縛って、表面処理炭酸カルシウム製品を得た。そして、これを一カ月放置しておいたところ、表面処理炭酸カルシウム粉末の水分含有量は900ppmとなっており、2100ppmに相当する水分が酸化カルシウム粉末に吸着されたことになる。上記した一カ月放置後の表面処理炭酸カルシウム粉末(脱水剤粉末を含む。)を取り出し、これを用いて、実施例1と同様の組成の一液湿気硬化型樹脂組成物を製造した。

【0018】比較例1

酸化カルシウム粉末に吸着されたことになる。

【0016】上記した一カ月放置後の表面処理炭酸カルシウム粉末(脱水剤粉末を含む。)を取り出し、これを用いて以下の一液湿気硬化型樹脂組成物を製造した。

100重量部
0.02重量部
107重量部
30重量部

実施例1で用いた処理炭酸カルシウム粉末(カルシーズPLS505)107重量部を、そのまま用い(即ち、脱水剤粉末と混合することなく)、実施例1と同様の組成の一液湿気硬化型樹脂組成物を製造した。

【0019】比較例2

実施例1で用いた処理炭酸カルシウム粉末(カルシーズPLS505)100重量部と、実施例1で用いた酸化カルシウム粉末7重量部とを、アルミニウム箔製の袋で混合することなく、一液湿気硬化型樹脂組成物の製造時に混合した他は、実施例1と同様の組成の一液湿気硬化型樹脂組成物を製造した。

【0020】実施例1及び2、比較例1及び2で得られた一液湿気硬化型樹脂組成物の粘度、及びこの一液湿気硬化型樹脂組成物をアルミパックで充填密閉して、常温で所定期間貯蔵した後の粘度を測定したところ、表1に示す結果が得られた。従って、実施例1及び2に係る一液湿気硬化型樹脂組成物は、比較例1及び2に係るものに比べて、貯蔵安定性が良好であることが分かる。なお、粘度は、23℃の条件下で測定した。

【0021】

【表1】

	実施例1	実施例2	比較例1	比較例2
スミジュールE21-2	100	100	100	100
スタンBL	0.02	0.02	0.02	0.02
表面処理炭酸カルシウム粉末 (脱水剤粉末を含む。)	107	107		
表面処理炭酸カルシウム粉末 (脱水剤粉末を含まない。)			107	100
酸化カルシウム粉末				7
フタル酸ジオクチル	30	30	30	30
粘度(Pa・s) (23℃の条件下で 測定)	製造直後	160	170	450
	1週間後	160	175	ゲル化
	1ヶ月後	175	190	ゲル化
	3ヶ月後	180	190	
	6ヶ月後	180	190	

【0022】実施例3

酸化カルシウム粉末の混合割合を、表面処理炭酸カルシウム粉末100重量部に対して、5重量部とした他は、実施例1と同様にして表面処理炭酸カルシウム製品を得、実施例1と同様にして一液湿気硬化型樹脂組成物を

得た。この貯蔵安定性を実施例1と同様にして評価したところ、ほぼ同様の結果が認められた。

【0023】実施例4

酸化カルシウム粉末の混合割合を、表面処理炭酸カルシウム粉末100重量部に対して、3重量部とした他は、

実施例1と同様にして表面処理炭酸カルシウム製品を得、実施例1と同様にして一液湿気硬化型樹脂組成物を得た。この貯蔵安定性を実施例1と同様にして評価したところ、ほぼ同様の結果が認められた。

【0024】実施例5

エポキシ樹脂
エポキシ樹脂用硬化剤
変成シリコン樹脂
変成シリコン樹脂用触媒
表面処理炭酸カルシウム粉末

ここで、エポキシ樹脂としては、油化シェルエポキシ製の商品名エピコート828を用いた。エポキシ樹脂用硬化剤としては、油化シェルエポキシ製の商品名H-30を用いた。変成シリコン樹脂としては、鐘淵化学工業製の商品名MSポリマー303を用いた。変成シリコン樹脂用触媒としては、ジブチル錫化合物（三共有機合成製、商品名スタンN○.918）を用いた。

【0025】この一液湿気硬化型樹脂組成物の貯蔵安定性を、実施例1と同様の方法で評価したところ、殆ど増粘が認められなかった。

【0026】

【発明の効果】本発明に係る表面処理炭酸カルシウム製品を用いれば、その製品中の表面処理炭酸カルシウム粉末の水分含有率は、通常市販されているものに比べて、

実施例2で得られた、一カ月放置後の表面処理炭酸カルシウム粉末（脱水剤粉末を含む。）を取り出し、これを用いて、下記組成の一液湿気硬化型樹脂組成物を製造した。

100重量部
40重量部
100重量部
2重量部
300重量部

半分以下程度に低減されている。従って、この表面処理炭酸カルシウム粉末を用いて、一液湿気硬化型樹脂組成物を製造した場合、貯蔵中に硬化しにくいため、貯蔵安定性に優れるという効果を奏する。

【0027】また、本発明に係る表面処理炭酸カルシウム製品を用いれば、表面処理炭酸カルシウム粉末から水分を脱水する工程、例えば共沸工程等が不要になる。従って、一液湿気硬化型樹脂組成物の製造を合理化するという効果も奏する。

【0028】なお、以上主として、本発明に係る表面処理炭酸カルシウム製品を、一液湿気硬化型樹脂組成物を製造する際に用いる場合を説明したが、二液混合硬化型樹脂組成物或いはその他の各種組成物を製造する場合にも、揺変剤或いは充填剤として用いるものである。

フロントページの続き

(51)Int.Cl. ⁷	識別記号	F I	(参考)
C 0 9 J 183/04		C 0 9 J 183/04	
C 0 9 K 3/10		C 0 9 K 3/10	Q L G

Fターム(参考) 4H017 AA22 AA24 AA25 AA27 AB08
AB15 AC04 AC05 AC19 AD06
AE03
4J002 CK021 CP031 DE236 FB076
FD016 FD336 GJ01 GJ02
GL00 GN00 GQ00
4J037 AA10 CB09 CB10 CB21 DD05
EE02 EE28 EE35 FF23
4J040 EF001 EK031 HA196 HB23
HB30 HD12 HD13 JB04 KA07
KA25 KA27 KA38 KA42 KA43
LA03 LA05